

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑫ 公開特許公報(A)

平3-205364

⑤ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)9月6日

C 04 B 35/58

1 0 3 J

8821-4G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 工具用焼結材料

⑮ 特 願 平2-74

⑯ 出 願 平2(1990)1月5日

⑰ 発 明 者 塚 本 穎 彦 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑰ 発 明 者 江 川 庸 夫 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑰ 発 明 者 市 来 崎 哲 雄 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑰ 発 明 者 深 谷 保 博 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑰ 出 願 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号

⑰ 代 理 人 弁理士 光石 英俊 外1名

最終頁に続く

明 細 書

際に用いられる工具用焼結材料に関する。

<従来の技術>

焼入鋼或いはニッケル基耐熱合金やコバルト基耐熱合金等の高硬度材料を加工する場合、一般にはタングステン(W)等の高融点金属の炭化物粉末を鉄(Fe)やコバルト(Co)やニッケル(Ni)等の鉄系金属で焼結結合させた超硬合金が利用されてきている。

近年、上述した超硬合金が工具としてではなく、加工対象物として採用されつつあることに加え、加工条件に対する厳しい要求に対応するため、より高性能な工具として焼結ダイヤモンドや立方晶窒化硼素(CBN)焼結体等を用いたものが開発されている。焼結ダイヤモンドはダイヤモンドの粉粒を超硬合金を結合剤として高温高压下で焼結したものであるが、炭素(C)との親和力が強い鋼等の加工には根本的に不向きである。この点、ダイヤモンドに次ぐ硬度のCBN焼結体は鉄系金属との反応が少ないことから、ダイヤモンド

1. 発明の名称

工具用焼結材料

2. 特許請求の範囲

- (1) 40～90体積%の立方晶窒化硼素の粉粒と、5～55体積%の酸化ジルコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒との混合物を焼結してなる工具用焼結材料において、立方晶窒化硼素の粉粒に金属の破膜を施したことを特徴とする工具用焼結材料。
- (2) 請求項(1)項記載の工具用焼結材料において、立方晶窒化硼素の粒径が1乃至3マイクロメートルの範囲にあり、且つ金属の破膜厚さが10乃至1000オングストロームの範囲にあることを特徴とする工具用焼結材料。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、焼入鋼や超硬合金等の高硬度材料或いは耐熱合金等の切削加工や塑性加工の

以外のあらゆる加工対象物、特に焼入鋼や超硬合金等の高硬度材料の他にニッケル基耐熱合金やコバルト基耐熱合金等の加工に有効である。

従来のCBN焼結体は、CBNの粉粒に結合剤として炭化チタンや窒化チタン等のセラミックスを混ぜ、これらを高温高圧下で焼結したものがほとんどである。結合剤としては、上記の他に珪素やジルコニウム(Zr)の窒化物、更にはアルミニウム(Al)とチタン(Ti)との金属間化合物やAlとZrとの金属間化合物等が知られている。

<発明が解決しようとする課題>

従来のCBN焼結体を用いた工具では、高温領域下で結合相の硬度低下が発生するため、工具自体が高温となるような加工の際には、結合相からのCBNの粉粒の脱落が起こり易く、耐摩耗性の低下を招来するものが多い。また、このような工具を長時間の自動運転を行う加工機械に組込む場合、突発的な工具欠

損が発生することは、加工機械等の損傷や設備稼働率の低下等の点で絶対に避けるべきであるが、従来のこの種のCBN焼結体は高い硬度を追求するあまり、靱性が充分なものとは云えなかった。

本発明者らは、酸化アルミニウム(Al₂O₃)が窒化チタンや炭化チタン等と同程度の常温硬度を有し、しかも600から800℃の範囲の高温状態における硬度がこれらよりも高い点に着目して、実験を進め、このAl₂O₃がCBNの結合材として有効であることも見出した。

この際、CBN粒と結合材の粒界のぬれ性を改善し、接着性を向上することを目的としてAl及びTiのうち少なくとも一方の粉粒を添加したが、結合材単味焼結体での金属添加量の影響を調べた結果から上記粒界の特性向上のために添加した金属粉粒が、結合材相に対しては焼結性を低めていることがわかった。この対策として、CBN粒の表面に金属をコ

- 3 -

ーティングすることによりCBN粒と結合材相の粒界のみに金属を存在させるとの着想を得、実験でその効果を確証した。

<課題を解決するための手段>

本発明はかかる実験結果を踏まえてなされたもので、40～90体積%の立方晶窒化珪素の粉粒と、5～55体積%の酸化ジルコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒との混合物を焼結してなる工具用焼結材料において、立方晶窒化珪素の粉粒に金属の被膜を施したことを特徴とする。また、立方晶窒化珪素の粒径が1乃至3マイクロメートルの範囲にあり、且つ金属の被膜厚さが10乃至1000オングストロームの範囲にあることを特徴とする。

この場合、金属の被膜が施された立方晶窒化珪素の粉粒と、酸化ジルコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒の混合物を、均一に混合攪拌した後、これを高融点材料の容器に投入してベルト型超高压発生装置等の超高

- 4 -

圧発生装置により例えば40～60キロバール(Kb)の範囲で加圧しつつ1200～1800℃の範囲で加熱し、この状態を0.5～30分程度保持することにより工具用焼結材料を得る。

<作 用>

立方晶窒化珪素は工具用焼結材料としての主体をなすものであり、これが40体積%未満では立方晶窒化珪素自体の硬度を反映させることが困難となり、充分な耐摩耗性を得られない。逆に、この立方晶窒化珪素が90体積%を超えると、焼結時にその一部が六方晶に相転位を起こして焼結性が悪化するため、靱性の低下により微小なチッピングや欠損が発生する。

一方、酸化ジルコニウムと酸化アルミニウムとの混合物は立方晶窒化珪素の結合剤としての特性を発揮するため、これらが5体積%或いは4体積%未満では工具用焼結材料中に占める立方晶窒化珪素の量が相対的に多くな

り過ぎ、焼結性が悪化して耐摩耗性や靱性の低下を招来する。逆に、この混合物が55体積%或いは50体積%を超えると、立方晶窒化硼素の量が相対的に少なくなり過ぎてしまい、立方晶窒化硼素自体の硬度を工具用焼結材料に反映させることが困難となり、やはり耐摩耗性の低下を招くこととなる。なお、一般的な傾向として酸化アルミニウムに対する酸化ジルコニウムの割合を多くするほど靱性が向上し、逆に酸化アルミニウムの割合を多くするほど結合相の硬度が高くなる。以上の兼ね合いから、酸化アルミニウムに対して酸化ジルコニウムを1から30体積%の割合に収めることが望ましく、特に1から10体積%の範囲が好適である。

また、立方晶窒化硼素粒表面にコーティングするAlの厚みについては、10オングストローム以下では金属添加による立方晶窒化硼素粒と結合相のぬれ性改善、接着力向上等の効果が現れず、逆に100オングストローム

より厚くなると焼結後に立方晶窒化硼素粒と結合相の粒界に残留し、粒界の強度を低下させるように働くため耐摩耗性が悪化してしまう。

<実施例>

無触媒法で合成された1から3マイクロメートル(μm)の範囲の粒径の立方晶窒化硼素(CBN)で、その表面に真空蒸着法によりアルミニウム(Al)を10オングストローム(A), 100A, 1000Aの厚みでコーティングしたCBN粒と、平均粒径がそれぞれ0.3 μm の酸化ジルコニウム(ZrO_2)と酸化アルミニウム(Al_2O_3)とからなり且つこれらの体積比を4:96(= ZrO_2 : Al_2O_3)に調整した混合物と、更に結合相の靱性を向上させるための炭化ケイ素(SiC)の針状結晶とを炭化タングステン(WC)基超硬合金で内張りした小形の遊星運動型ミル内に装入し、更にこれらの混合を促進する目的でこれら粉粒の総体積の35%に相当する量のメチルアルコー

- 7 -

ルをミル内に加え、蓋をしてこれらを3時間混練した。そして、不活性ガス雰囲気にてミルの蓋を取り、ミルを120℃に加熱してメチルアルコールを蒸発させ、混練された原料粉体の乾燥を行った。

一方、塩化ナトリウム(NaCl)の粉粒を内径8ミリメートル、長さ10ミリメートルの円筒状に加圧成形しているNaCl製の容器本体に、同様にして作成したNaCl製の下蓋を一体的に取付け、これらの内面に厚さ20 μm のジルコニウム箔を張り付け、更にこの中に直径7.8ミリメートル、厚さ2ミリメートルのWC基超硬合金製の円板を載置したものを用意しておく。

そして、乾燥終了後の前記原料粉体を不活性ガス雰囲気にてこの容器本体内の前記円板上に6ミリメートルの厚みになるように装入して突棒で突き固め、更にこの上に前述したのと同様なWC基超硬合金製の円板を載置し、またこの上に厚さ20 μm のジルコニウム箔

- 8 -

を重ねたのち、前述と同様にして作成したNaCl製の上蓋を容器本体に嵌め込み、これら容器本体と下蓋と上蓋とからなる容器内に原料粉末を密封する。

次に、超高压発生装置に上述した容器を取付け、50Kbの圧力と1650℃の温度とを30分間保持し、原料粉末を焼結させて両端にWC基超硬合金が結合した円柱状の工具用焼結材料を得た。そして、この工具用焼結材料を前記円板が結合した状態のまま切り出してバイト用の切刃を仕上げ、これを予め用意しておいた四角形のWC基超硬合金製チップに鍛ろうを介して固定しすくい角0度、逃げ角5度、ノーズ曲率半径が1ミリメートルのバイトを作成した。

このバイトを用い、ロックウエル硬さ(Cスケール)が62の丸棒状をなす高炭素軸受鋼(SUJ2)に対して切削速度が毎分170メートル、切込み量が20 μm 、バイトの送り速度が主軸一回転当たり20 μm となるよう

にして100メートルの長さに対応する距離で旋削した後、切刀の逃げ面の摩耗量及びこの切刀を構成するCBN焼結材料のビッカース硬さを、前記原料粉末を構成する各粉粒の比率を変えて測定した。なおこの旋削加工中には切削油を噴霧供給した。

これらの測定結果を第1表及び第2表に示すが、ちなみに窒化チタンを結合剤として使用した市販のCBN焼結材料を用いた場合のビッカース硬さは2500、切刀の逃げ面摩耗量は40 μ mであった。

尚、本実施例において、CBN粒にAlをコーティングしたことにより、CBN粒と結合相の粒界の密着性が改善され、従来発明者らが製作したAl添加のCBN焼結材料に比べ、耐摩耗性の改善が認められた。すなわちAl添加のCBN焼結材料で第2表記載のNo.13と同一の組成のCBN焼結材料は、逃げ面摩耗量が34 μ mであったのに対し、本実施例では逃げ面摩耗量が28 μ mであり、CBN

第1表

No.	組成 (体積%)				コーティング		ビッカース硬さ (kg/mm ²)	逃げ面摩耗量 (μ m)
	CBN	Al ₂ O ₃ ・ZrO ₂	SiC 針状結晶	Al	材質	厚さ (Å)		
1	35	60	5	Al	Al	100	—	欠損
2	40	55	5	Al	Al	10	2300	44
3	50	45	5	Al	Al	100	2700	44
4	40	40	10	Al	Al	100	2700	40
5	40	40	10	Al	Al	1000	2700	46
6	60	35	5	Al	Al	100	2900	33
7	40	40	10	Al	Al	10	2700	35
8	40	40	10	Al	Al	100	2700	31
9	40	40	10	Al	Al	1000	2700	38
10	40	40	10	Al	Al	100	2700	32
11	65	34	1	Al	Al	100	3200	31
12	40	30	5	Al	Al	10	2700	33

- 11 -

第2表

No.	組成 (体積%)				コーティング		ビッカース硬さ (kg/mm ²)	逃げ面摩耗量 (μ m)
	CBN	Al ₂ O ₃ ・ZrO ₂	SiC 針状結晶	Al	材質	厚さ (Å)		
13	65	30	5	Al	Al	100	3200	28
14	40	40	10	Al	Al	1000	2700	35
15	40	25	10	Al	Al	100	2700	30
16	70	25	5	Al	Al	100	3300	33
17	40	40	10	Al	Al	10	2700	36
18	40	40	10	Al	Al	100	2700	31
19	40	40	10	Al	Al	1000	2700	39
20	40	20	10	Al	Al	100	2700	33
21	80	15	5	Al	Al	100	3350	42
22	40	40	10	Al	Al	100	2700	38
23	90	5	5	Al	Al	100	3000	50
24	84	5	1	Al	Al	100	—	欠損

- 13 -

- 12 -

粒へのAlコーティングの効果が表われている。

上述した工具用焼結材料は、高温時での硬度が高いAl₂O₃を主体とする結合剤を用いたので、特に高温時での耐摩耗性を改善することができさらに、CBN粒の表面にAlコーティングを施したことにより、CBN粒と結合相の密着性が向上しCBN粒の結合相による保持能力が従来のものよりも向上する。また、結合相にSiCの針状結晶を添加したものでは、繊維強化による結合相の高剛化が可能となり、耐摩耗性の向上と同時にチップングや欠損の少ない工具用焼結材料を提供できる。

<発明の効果>

本発明の工具用焼結材料は、高温時での硬度が高い酸化アルミニウムを主体とする結合剤を用いたので、高温時での耐摩耗性を改善することができる。また、立方晶窒化硼素の表面に金属の被膜を施したので、立方晶窒化

磁素粒と結合相の密着性が向上し、立万晶型
化磁素粒の結合相による保持能力が向上した。

特 許 出 願 人

三 菱 重 工 業 株 式 会 社

代 理 人

弁 理 士 光 石 英 俊

(他 1 名)

- 15 -

第 1 頁の続き

②発 明 者	角 田	英 雄	長崎県長崎市飽の浦町 1 番 1 号 三菱重工業株式会社長崎 研究所内
②発 明 者	安 田	福 司	東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 1 号 三菱重工業株式会 社内